

# 193nm 光学薄膜激光量热吸收测试及系统校正

靳京城<sup>1,2</sup> 金春水<sup>1</sup> 邓文渊<sup>1</sup>

(1. 中国科学院长春光学精密机械与物理研究所应用光学国家重点实验室, 长春, 130033; 2. 中国科学院研究生院, 北京, 100039)

**摘要** 高精度测量薄膜的吸收系数对于激光光学薄膜研究具有重大意义, 而激光量热计是一种可靠灵敏的光学器件吸收测量工具。本文介绍了激光量热计的基本原理与实验装置。考虑到 193nm 波段的测量应用, 讨论了系统的校正操作, 包括能量探测器、样品热容、温度漂移、杂散光及热传导校正, 以提高测量精度。

**关键词** 193nm 光学薄膜 吸收系数 激光量热计 系统校正

## 1 引言

吸收损耗是光学薄膜的一项重要性能指标, 精确测量薄膜吸收可以大大优化激光光学器件。特别在高功率激光作用下, 即使十分微弱的吸收也足以导致薄膜元件的破坏, 因而有必要对光学薄膜的吸收损耗进行高精度测量, 从而达到减少薄膜的吸收损耗、制备出高质量的光学薄膜的目的。在 ISO11551 标准下建立起的激光量热计, 可以对红外、可见光、深紫外波段光学薄膜元件进行高精度吸收测量, 测量灵敏度可达  $1 \times 10^{-6}$  [1]。

近年来, 193nm ArF 准分子激光器作为深紫外光刻机的光源得到了广泛应用。随着光刻技术的发展, 193nm 光刻机所采用的激光器的功率日益提高, 对 193nm 光学薄膜元件的热稳定性、抗激光损伤阈值提出了更高的要求。因此精确测量 193nm 波段光学薄膜的损耗极为重要。但在 193nm 波段会产生一些特殊的效应, 如散射光剧烈增强、光学元件退化、非线性吸收、荧光效应等 [2], 所以吸收测量比在可见光、红外波段难度更大。为了成功完成 193nm 光学薄膜吸收测试, 激光量热计的系统校正变得尤为重要。本文介绍激光量热计基本原理和实验装置, 针对 193nm 波段光学薄膜吸收测试, 分析了影响测试精度的几种因素, 并给出了相应的系统校正操作, 包括能量探测器校正、热容校正、温度漂移校正、杂散光校正及热传导校正。

## 2 测量原理

在激光量热计测量薄膜吸收实验中, 激光光束

照射到薄膜表面后, 薄膜材料由于吸收照射光能量而温度升高。一段时间后停止照射, 薄膜材料自然冷却散热, 由此得到温度变化曲线, 利用热力学理论求得吸收系数。

图 1 所示为理想模型测试曲线。

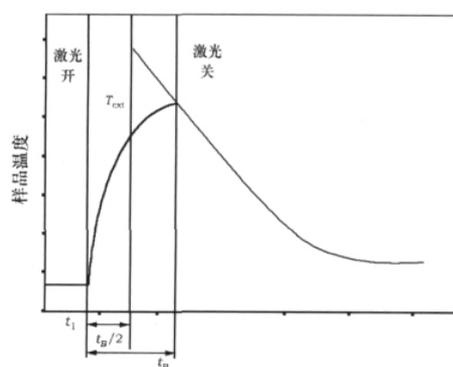


图 1 理想模型测试曲线

从  $t_1$  时刻开始用激光光束照射薄膜样品表面, 薄膜材料由于吸收能量引起温度升高;  $t_B$  时刻停止激光照射, 薄膜材料自然冷却散热, 由此得到温度变化曲线。理想模型中, 样品导热系数无限大; 导热系数和导温系数都不随温度的变化而改变; 环境温度保持不变; 样品温升幅度较小, 且与样品架时刻保持同温; 样品受热膨胀时, 不产生中心突包。满足这样条件的系统, 其热力学微分方程为:

$$\frac{dT(t)}{dt} = \frac{\alpha P}{C_{eff}} - \gamma [T(t) - T_c] \quad (1)$$

式中,  $\alpha$  为吸收系数,  $P$  为激光照射功率,  $C_{eff}$  为有效热容,  $\gamma$  为热损耗系数,  $T(t)$  为样品温度,  $T_c$  为环境

作者简介: 靳京城, 男, 1985 年出生, 男, 研究生, 主要从事紫外光学薄膜研究。E-mail: jjcheng@126.com

导师: 金春水, 男, 1964 年出生, 研究员, 博士生导师, 主要从事紫外、极紫外光学薄膜与光学技术的研究。

E-mail: Jin\_chunshui@yahoo.com.cn

温度。曝光过程中和停止照射后的温度变化用(2)式和(3)式表示:

$$T(t) = T(t_1) + \frac{C_{eff}}{\gamma \alpha P} \{1 - \exp[-\gamma(t - t_1)]\} \quad (2)$$

$$T(t) = T(t_1 + t_B) + \frac{C_{eff}}{\gamma \alpha P} \{1 - \exp[-\gamma(t - t_1 - t_B)]\} \quad (3)$$

当光学元件为低热导率材料时,不再满足理想模型中各项同性温度分布条件,可分别在  $x, y, z$  方向进行详细求解<sup>[3]</sup>:

$$\nabla(\kappa/c_p \nabla T) + Q(x, y, z)/c_p = \eta \frac{dT}{dt} \quad (4)$$

式中,  $\eta$  为样品质量密度,  $\kappa$  为导热率,  $Q$  为照射激光能量。由于实际样品的有限导热导致的温升偏离,可用一个修正系数  $f_c$  修正,当导热影响可以忽略时  $f_c = 1$ 。

在量热吸收测试中,数据处理常用的两种方法为指数法、脉冲法。

(1)指数法:样品曝光过程中,即  $t_1 < t < t_1 + t_B$  时,样品受热温度升高,温升曲线用指数函数拟合。

$$\sum [T(t_k) - A_h - B_h \exp(-\gamma t_k)]_{min}^2 \quad (5)$$

式中需确定的参数为  $A_h, B_h, \gamma$ , 这里  $\gamma$  是样品热损耗系数,表征系统热量损失过程。对圆柱型样品,损耗系数可用下式计算:

$$\gamma \approx \frac{2h}{\eta c_p} \left( \frac{1}{R} + \frac{1}{d} \right) \quad (6)$$

式中,  $\eta$  为样品质量密度,  $R, d$  分别为样品半径和厚度,通常取  $h \approx 10^{-3} \text{ W/Jcm}^2$ 。由此求得吸收系数  $\alpha$ :

$$\alpha = \frac{f_c \gamma A_h \sum m_i c_{pi}}{P} \quad (7)$$

式中,  $m_i, c_{pi}$  为系统受热部分的质量、热容。

(2)脉冲法:激光停止照射后,即  $t > t_1 + t_B$  时,经历短暂的过冲效应后<sup>[4]</sup>,样品温度开始下降。在冷却曲线中,外延至照射时间中点,即  $t_1 + t_B/2$  处,测得外延温度  $T_{ext}$ 。在冷却曲线中的拟合为:

$$\sum [T(t_k) - A_c - B_c \exp(-\gamma t_k)]_{min}^2 \quad (8)$$

$$\text{外延温度 } T_{ext} = A_c + B_c \exp\left(-\gamma \frac{t_1 + t_B}{2}\right) \quad (9)$$

吸收系数  $\alpha$  为:

$$\alpha = \frac{f_c T_{ext} \sum m_i c_{pi}}{P t_B} 0.5 \gamma t_B / \sin h(\gamma t_B / 2) \quad (10)$$

如果  $\gamma t_B > 2$ , 上式成立;如果  $0.5 \leq \gamma t_B \leq 2$ ,  $0.5 \gamma t_B / \sin h(\gamma t_B / 2)$  取  $(1 - \gamma^2 t_B^2 / 24)$ ;  $\gamma t_B < 0.5$ ,  $0.5 \gamma t_B / \sin(\gamma t_B / 2)$  可以取 1。当曝光时间较短或热损耗系数较小时,即  $\gamma t_B < 2$  时,吸收系数  $\alpha$  可直接从外延温度表达式(11)中获得:

$$T_{ext} = \frac{\alpha P}{\gamma \sum m_i c_{pi}} [1 - \exp(-\gamma t_B)] \exp\left(\gamma \frac{t_B}{2}\right) \approx \frac{\alpha E_{pulse}}{\sum m_i c_{pi}} \left[1 + \frac{(\gamma t_B)^2}{24}\right] \quad (11)$$

必要时,结果的处理可以综合两种方法取平均。除此之外,结果处理的方法还有梯度法、积分法、反馈法,每种方法有各自的优点和适用条件<sup>[3]</sup>。

### 3 实验装置

图 2 为德国汉诺威激光中心(Laser Zentrum Hannover)研制的激光量热计结构示意图。ArF 准分子激光器发射出脉冲激光,通过衰减器、光束调制系统后,获得尺寸适宜、能量分布均匀的激光光斑。CCD 对激光光斑横截面成像,进行光斑质量检测,能量探测器探测照射光能量。

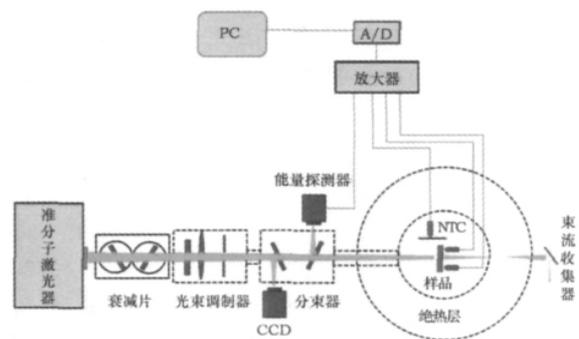


图 2 激光量热装置结构示意图

量热室内,铝腔内壁衬以非导热材料,使系统绝热。在 193nm 波段,为了防止样品表面污染和产生臭氧,整个系统充氮气(120kPa),以减少水蒸气和其他污染物(氧气含量  $0.1 \times 10^{-6}$ ),同时氮气在腔内为测温元件提供良好的热传导环境<sup>[4]</sup>。

正式测试前,样品在空气中用较弱激光能量预照射(清洁样品表面、烘干水汽、初始条件的统

一<sup>[8]</sup>)。处理后的样品小角度倾斜置于样品架上,负温度系数(NTC)热敏电阻感温探头用于温度测量。样品表面的两个 NTC 探头,测量样品温度变化;量热室内壁的 NTC 探头,测量环境温度变化。

一个典型测试需 2000s 左右,包括记录温漂、样品照射、样品冷却。整个测量过程由电脑软件控制,记录照射激光能量和样品温度变化,分析处理实验数据,获得最终结果。

## 4 系统校正

### 4.1 能量探测器校正

193nm 光学薄膜量热吸收测试中,分束器反射一部分激光束至金刚石光电探测器,记录照射光能量。为了准确记录照射过程中的脉冲激光能量,需对能量探测器进行校正。

能量探测器的校正,可用 193nm 波段吸收率在 99% 以上的多层增透膜样品。将表面镀有增透膜的样品置于样品架上,测得样品上照射光能量及探测器监测到的能量,对比两者能量值,利用分束器的线性分光比进行校正。图 3 表示能量探测器的校正曲线,当激光器放电电压不同时,分束器有着不同的分光比<sup>[5]</sup>。

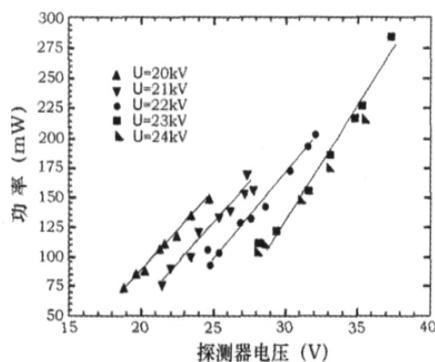


图 3 能量探测器校正曲线

校正后的能量探测器,可以较准确地记录曝光过程中每一个脉冲激光的能量,从而较精确地获得入射激光能量。

### 4.2 热容校正

激光照射能量会被样品吸收,也会被样品架吸收。与样品的标准热容值相比,样品架热容测量值的影响必须在可忽略范围内。因此,要精确获得样品架的热容。

样品架的热容测量,需要在独立的实验中完成。

通过欧姆电阻加热样品,获得样品及样品架在内的有效热容  $C_{eff}$ ,改变样品厚度即  $d$  值,获得一系列有效热容值:

$$C_{eff} = C_{mount} + f \cdot m \cdot c_p \quad (7)$$

热容校正曲线如图 4 所示。在热容校正曲线上进行线性拟合,令  $m = 0$  即可获得样品架热容  $C_{mount}$ ;改变欧姆电阻的加热电压,重复相同实验若干次,来消除电流跃变或交流阻抗的影响。

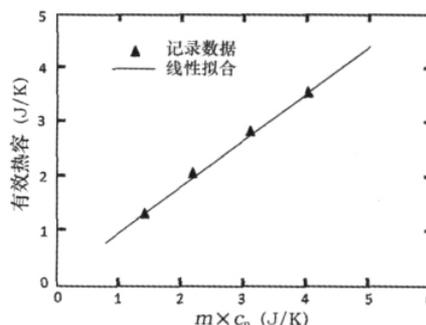


图 4 热容校正曲线

### 4.3 温度漂移校正

高灵敏度的 NTC 探头,用来记录样品曝光过程中的温度变化。但测试环境温度的波动会影响 NTC 探头上的温度信号,因而需要进行温度漂移校正。

参考 NTC 探头置于量热室内,用以记录测量前和测试中环境温度的变化。测量 NTC 探头置于样品处,记录样品测试过程中温度变化。处理数据时,通过对比测量 NTC 探头和参考 NTC 探头记录结果,可以剔除环境温度漂移变化带来的影响。实验时要正确剔除温漂。由于温度在测量前已经开始记录,如果 NTC 探头温度曲线不是常数或不是线性变化,可能表示样品与测试环境还没有达到热平衡,此种情况应延时测量。

此外,如长期进行深紫外波段量热吸收测试,要经常校正参考 NTC 探头与测量 NTC 探头,防止探头老化引起误差,同时检验放大电路可能出现的错误。

### 4.4 杂散光校正

由于系统元件的散射或样品表面的漫反射,测试过程中会出现杂散光,特别是在 193nm 波段,散射现象格外明显。杂散光在一些情况下会变成很严重的问题。例如,散射光照射到样品边缘,导致样品

被间接加热,引起局部温升;杂散光直接照射到 NTC 探头上,会引起温度信号的跳跃。为了减少这些影响,获得高质量的激光束,样品和激光束位置的正确摆放很重要。

#### 4.4.1 激光束修整

当激光光斑发散角较小,光斑尺寸合适,能量分布均匀时,可以大大减少系统杂散光的影响。另外,量热吸收测试的所有数据计算都是基于理想照射光斑,放射状的激光能量对结果影响巨大。因此,对于 193nm 脉冲激光,必须修整光束后才能用于测试。

激光束经过衰减器后,能量变化可以控制在总能量的 45% 到 90% 范围内。经过光束修整系统修整光斑尺寸,柱面镜和球面镜的组合使用,可获得横截面尺寸适宜的光斑。光束通过准直系统(尺寸可变的通光小孔),只允许光斑中心部分通过,可获得能量适宜、分布均匀的激光光斑。在测试条件允许范围内,提高激光器放电电极电压可以进一步优化光斑质量。激光束经 CCD 成像系统检测合格后,便可用于样品测试。

在一个标准的量热测试过程中,要求激光器输出的几万个脉冲能量保持稳定。但长期使用,激光脉冲能量会有所降低,通过增大激光器放电电极电压可以进行补偿。

#### 4.4.2 样品摆放

样品架如图 5 所示。将样品放在样品架上,调节底部弹簧装置,使样品小角度倾斜,这样样品表面上反射的残余激光会被杂散光捕获系统吸收,从而消除大部分杂散光的影响,大大减少对测试的干扰。同时尽量使样品中心对准激光光斑,避免照射光对样品非中心部位加热,保证热扩散的均匀性,减小两个 NTC 探头局部测温差异。

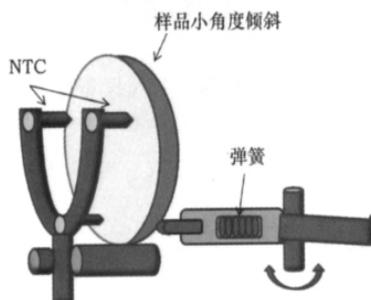


图 5 样品架

通过“空测量法”可以检验杂散光的校正效果。

从样品架上取下样品,在空的样品架上进行测量。激光束穿过样品架,直接进入束流收集器。微调样品架位置,使测量 NTC 探头及参考 NTC 探头上噪声信号最小,防止杂散光照射到 NTC 探头上引起信号畸变。经过调节,确定样品最佳位置后,可以在很大程度上减少杂散光,避免杂散光导致较大测量误差甚至错误的结果。

#### 4.5 热传导校正

在 193nm 波段,大部分光学元件材料都是不良热导体。但数据处理时,需将它们当成各向均匀的良好热导体。当膜层是低热导率材料,而基底是高热导率材料时,因为薄膜的厚度非常薄,热传导对量热吸收测量结果的影响可以忽略。但当基底材料是低热导率材料时,热传导的影响需要进一步分析。光学样品的薄柱状动力学仿真显示,这种情况下,样品上的温度分布不是各向均匀的,不同位置上测量的吸收系数有较大不同。因此,对样品进行测试时,要考虑热传导的影响,确定 NTC 感温探头的合适位置。

图 6 所示是石英样品不同位置上的温度模拟<sup>[6]</sup>。当 NTC 探头接近样品中心时,样品升温幅度较大,与理想升温曲线(各向同性的理想模型)偏差较大,曲线信号突变较明显;当 NTC 探头和样品中心有一定径向距离时(如离样品中心 7mm),曲线升温图比较理想,热传导效应对测试结果影响很小,可以忽略。

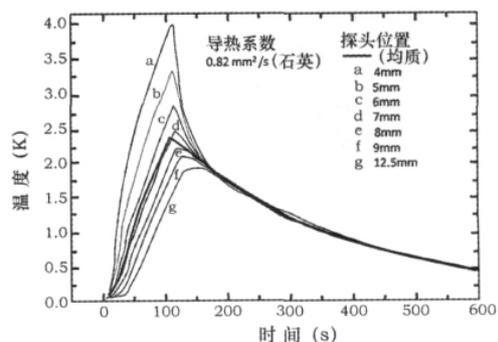


图 6 不同径向位置的温度模拟

石英样品,直径 25mm×厚 3mm,  $k=0.014 \text{ W}/(\text{cm} \cdot \text{K})$

有时需在样品的边缘附近进行温度测量,以避免对样品的划伤。但测得的温度比近中心处数量级更小,并且有一个信号延迟和平滑的热过渡过程。此时使用脉冲法处理实验数据较好,得到的吸收系

数和理论值较接近。但边缘测量对热损耗比较敏感,同时会增大信号畸变的可能性,所以边缘测量对不良热导体显然是不合适的。

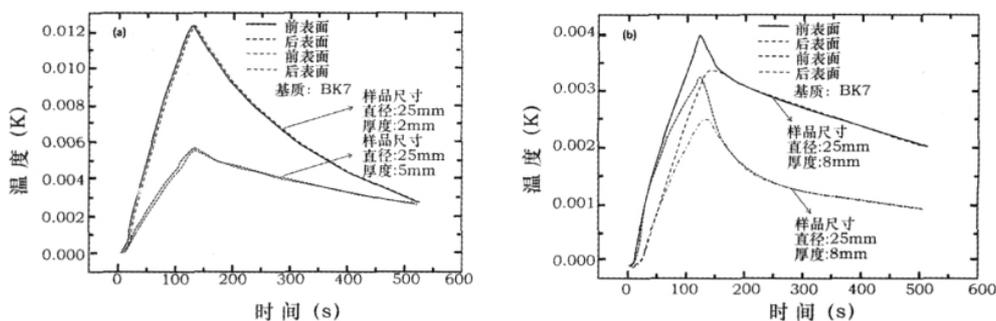


图7 不同尺寸样品在7mm处前后表面温度比较

(a) 25mm×2mm 和 25mm×5mm (b) 25mm×8mm 和 38mm×8mm

从图7a可以看出,由于热扩散影响,随样品厚度的增加,前后表面的温度差别增大。从图7b中可以看到,直径不同的样品,前后表面的温度变化差别也较大。对于较厚的样品,样品后表面的温度变化更趋近于指数形式,实验数据适用于指数拟合。因此,测量 NTC 探头应置于薄膜样品后表面(基地侧),这样可以获得理想可靠的温度变化曲线,同时减小散射光的影响并避免探头接触薄膜表面造成的划伤。

总之,要考虑多方面因素,如样品特性、几何形状、激光束尺寸等,确定 NTC 探头的合理位置。这里给出参考性意见:NTC 探头应置于样品(特别是较后样品)的后表面进行测量,以减少热传导带来的影响。当测试样品导热性能良好或基本良好时,测量尽量靠近样品边缘;当测试样品导热性能较差时,测量应在中心偏外处。当然最好在“合理区”内进行测量,以获得最好结果。

## 5 结论

本文介绍了用激光量热计的基本原理及实验装置,叙述了测量 193nm 波段光学薄膜吸收系数的系统校正操作。

用镀有 193nm 波段增透膜的样品,校正能量探测器;系统热容校正通过欧姆电阻加热样品获得有效热容,改变样品厚度,用线性拟合得到样品架的热容;通过参考 NTC 探头记录环境温度变化,剔除测试过程中出现的温度漂移,避免处理数据时出现

畸变;系统杂散光的校正,主要通过提高激光光束质量、正确摆放样品和激光束之间的位置来实现,并用“空测量法”检验校正效果;考虑到样品热导率的影响,NTC 探头应置于样品后表面,对导热性良好的样品,NTC 探头应置于中心偏外处,对不良热导样品则要综合多方面因素进行选择。

在 193nm 波段进行量热吸收测试,需要合理准确地对系统进行校正,才能获得理想可靠的实验结果,有效提高测试精度。

## 参考文献

- [1] ISO 11551: 2003(E), Test method for absorbance of optical laser components. Geneva: International Organization for Standardization, 2003.
- [2] Mann K, Leinhos U, Schäfer B. SPIE, 2007, 6403: 1J.1-8.
- [3] Willamowski U, Grob T, Ristau D, Welling H. SPIE, 1996, 2775: 151-153.
- [4] George R A, Jenkins P. Semiconductor Fabtech, 4th ed. ICG Publishing, 1996: 346-351.
- [5] Blaschke H, Jup'e M, Ristau D. SPIE, 2003, 4932: 467-473.
- [6] Willamowski U, Ristau D, Welsch E. Appl Opt, 1998, 37: 8362-8365.
- [7] Wang Yanru, Li Bincheng. OSA(the Optical Service of America), 2010, (300,1030)-(310,6860).

收稿日期: 2010-09-01

**Measuring absorption of 193nm thin-film by laser calorimetry and system calibration.** *Jin Jingcheng*<sup>1, 2</sup>, *Jin Chunshui*<sup>1</sup>, *Deng Wenyuan*<sup>1</sup> (1. *State Key Laboratory of Applied Optics, Changchun Institute of Optics Fine Mechanics and Physics, Chinese Academy of Sciences, Changchun, 130033*; 2. *Graduate University of Chinese Academy of Sciences, Beijing, 100039*)

Highly precise measurement of the absorptance of optical thin-film is of great importance for laser scientific study, and laser calorimeter is a reliable and sensitive tool for this purpose. In this article, the basic principle and structure of the laser calorimeter are described. In order to improve the measurement precision for the absorptance of 193nm thin-film, calibration operations for laser calorimetry are discussed, including calibrations of energy probe, sample heat capacitance, temperature drift, stray light and heat-conduction.